SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 6989.67:2009

Air dan air limbah – Bagian 67: Cara uji tembaga (Cu) secara ekstraksi dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-nyala

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

ICS 13.060.50

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Cara uji 2
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 5
5 Rekomendasi 5
Lampiran A (normatif) Pelaporan 6

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

Prakata

SNI ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-2515-1991, *Metode pengujian kadar tembaga dalam air dengan alat spektrofotometer serapan atom secara ekstraksi*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF , Washington DC (2005)*. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, Panitia Teknis *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 4 September 2006 di Serpong serta telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 24 Juli – 24 September 2007.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.66:2009 ini, maka penerapan SNI 06-2515-1991, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

Air dan air limbah – Bagian 67: Cara uji tembaga (Cu) secara ekstraksi dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-nyala

1 Ruang lingkup

Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan logam tembaga (Cu) terlarut dan total dalam air, air limbah dan air dengan kadar salinitas tinggi secara ekstraksi untuk menghilangkan gangguan matriks dan diukur dengan alat spektrofotometer serapan atom (SSA)-nyala dengan kisaran 0,02 mg/L sampai 1,00 mg/L pada panjang gelombang 324,7 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1
air bebas mineral
air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 1,0 microSiemen/cm

2.2
tembaga terlarut
tembaga dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 µm

2.3
tembaga total
tembaga yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat

2.4
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

2.5
larutan induk logam tembaga (Cu)
larutan yang mempunyai kadar logam tembaga 100 mg Cu/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang rendah

2.6
larutan baku logam tembaga (Cu)
larutan induk logam tembaga yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu

2.7
larutan kerja logam tembaga (Cu)
larutan baku logam tembaga yang diencerkan, dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.8
larutan blangko
air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

2.9
larutan pengencer
larutan yang digunakan sebagai pengencer dalam pembuatan larutan baku

2.10
larutan pencuci
larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik

2.11
spike matrix
contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

2.12
blind sample
larutan baku dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Ion tembaga bereaksi dengan *Amonium Pirolidin Ditiokarbamat* (APDC) pada pH 0,1 sampai pH 8,0 membentuk senyawa kompleks, kemudian diekstraksi dengan pelarut organik metil iso butil keton (MIBK). Kompleks tembaga–APDC yang ada dalam fasa organik, selanjutnya diaspirasikan kedalam nyala, lalu diatomisasikan dengan energi termal dalam pembakar. Tembaga dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

3.2 Bahan

a) air bebas mineral;

b) serbuk logam tembaga (Cu) p.a;

c) asam nitrat (HNO_3) p.a;

d) larutan asam nitrat (HNO_3) 1 N;
Encerkan 7 mL HNO_3 pekat, ke dalam 100 mL air bebas mineral.

e) larutan *Amonium Pirolidin Ditiokarbamat* (APDC) 4%;
Larutkan 4 g APDC (garam ammonium dari asam pirolidin-1-ditiokarboksilat, CAS no. 5108-96-3) ke dalam 100 mL air bebas mineral.

f) larutan natrium hidroksida (NaOH) 1 N;
Larutkan 4 g NaOH dalam 100 mL air bebas mineral.

g) Metil Iso Butil Keton (MIBK) (sinonim: isobutil metil keton, 4-metil-2-pentanon, CAS no. 108-10-1);

h) saringan membran berpori 0,45 µm;

i) serbuk natrium sulfat anhidrat (Na_2SO_4);

j) larutan pengencer HNO_3 0,05 M; dan
Larutankan 1,5 mL HNO_3 pekat ke dalam gelas piala 1000 mL dengan air bebas mineral.

© BSN 2009

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

k) larutan pencuci HNO_3 5% v/v.
Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.

3.3 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas:

a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dilengkapi dengan lampu katoda berongga
b) (*Hollow Cathode Lamp*, HCL) untuk unsur tembaga;
c) kertas pH atau pH meter;
d) labu ukur bertutup asah atau teflon 100,0 mL; 250,0 mL dan 1000,0 mL;
e) gelas piala 100 mL dan 200 mL;
f) gelas ukur 100 mL;
g) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 20,0 mL dan 50,0 mL;
h) pipet ukur 10 mL;
i) botol gelas 200 mL;
j) timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g; dan
k) tabung reaksi bertutup asah 20 mL.

CATATAN Cuci semua peralatan gelas dan plastik dengan larutan pencuci.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol Plastik (*Polyethylene*)
Pengawet	:	a) Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2. b) Untuk logam total diasamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2
Lama Penyimpanan	:	6 bulan
Kondisi Penyimpanan	:	Suhu ruang

CATATAN Bila tembaga terlarut yang akan diuji, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji tembaga

a) homogenkan contoh uji, ambil 100 mL contoh uji ke dalam labu ukur 250,0 mL lalu atur pH nya hingga berada pada pH 0,1 - 8,0 dengan penambahan asam nitrat 1N atau NaOH 1N;
b) tambahkan 1 mL larutan APDC 4% lalu dikocok;
c) tambahkan 10 mL MIBK lalu kocok dengan kuat selama 30 detik;
d) biarkan isi labu ukur tersebut terpisah menjadi dua lapisan, yaitu lapisan air dan lapisan organik. Bila tidak terjadi pemisahan fasa yang jelas, tambahkan natrium sulfat anhidrat (Na_2SO_4 anhidrat);
e) tambahkan air bebas mineral dengan pH yang sama dengan perlahan sehingga lapisan organiknya naik ke leher labu ukur tersebut;
f) contoh uji siap diukur responnya.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

3.5.2 Pembuatan larutan induk logam tembaga (Cu) 100 mg Cu/L

a) timbang ± 0,100 g logam tembaga, masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL (0,100 g Cu ≈ 100 mg Cu/L);
b) larutkan dengan 2 mL asam nitrat pekat dan tambahkan 10 mL asam nitrat pekat kemudian tambahkan air bebas mineral hingga tepat tanda tera;
c) hitung kembali konsentrasi sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan.

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg Cu/L siap pakai.

3.5.3 Pembuatan larutan baku logam tembaga (Cu) 10 mg Cu/L

a) pipet 10,0 mL larutan induk tembaga 100 mg Cu/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
b) tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer dan dihomogenkan.

3.5.4 Pembuatan larutan baku logam tembaga (Cu) 1 mg Cu/L

a) pipet 10,0 mL larutan induk tembaga 10 mg Cu/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL.
b) tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer dan dihomogenkan.

3.5.5 Pembuatan larutan kerja logam tembaga (Cu)

a) buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 5 konsentrasi yang berbeda sesuai dengan kepekaan pengukuran alat dan konsentrasi contoh uji;
b) masing masing larutan kerja diekstraksi dengan larutan APDC dan MIBK seperti pada langkah 3.5.1.

3.6 Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi di buat dengan tahapan sebagai berikut:

a) hidupkan alat dan optimasikan untuk nyala organik sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran tembaga;
b) aspirasikan fasa organik larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur respon hingga nol;
c) aspirasikan fasa organik pada masing-masing larutan kerja ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 324,7 nm, kemudian catat;

CATATAN Setiap selesai pengukuran, lakukan pembilasan pada selang *(tubing)* aspirator dengan MIBK.

d) buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurusnya;
e) jika linieritas kurva kalibrasi (r^2) lebih kecil dari 0,95, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 b) sampai dengan c).

3.6.2 Pengukuran contoh uji

Uji kadar tembaga dengan tahapan sebagai berikut:

a) aspirasikan fasa organik contoh uji ke dalam SSA-nyala lalu ukur responnya pada panjang gelombang 324,7 nm;

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

b) catat hasil pengukuran.

3.7 Perhitungan

Konsentrasi logam tembaga (Cu) (mg/L) = C x fp

dengan pengertian:
C adalah konsentrasi yang didapat hasil pengukuran (mg/L);
fp adalah faktor pemekatan.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia berkualitas p.a.
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
c) Gunakan alat ukur dan alat gelas yang terkalibrasi.
d) Gunakan botol gelas dan *polyethylene* yang telah dicuci dengan larutan pencuci.
e) Lakukan analisis oleh analis yang kompeten.
f) Lakukan pengujian dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

4.2 Pengendalian mutu

a) Kurva kalibrasi harus diperoleh linier, minimal dari 3 konsentrasi.
b) Koefisien korelasi (r^2) minimum 0,95 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
c) Lakukan pengujian blanko untuk kontrol kontaminasi.
d) Lakukan pengujian duplo untuk kontrol ketelitian pengujian setiap interval pengukuran tertentu (duplo sebanyak 5% -10% dari jumlah contoh uji).
e) Jika koefisien variasi atau standar deviasi relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 20% maka dilakukan pengukuran ulang. Apabila pengukuran ulang menunjukkan koefisien variasi lebih besar atau sama dengan 20% maka ulangi langkah 3.5.1.

5 Rekomendasi

Lakukan kontrol akurasi dengan salah satu cara di bawah ini:

a) Analisis *blind sample.*
b) Untuk kontrol gangguan matriks lakukan analisis *spike matrix* kisaran persen temu balik adalah 80% - 120% (*spike matrix* sebanyak 5% - 10% dari jumlah contoh uji).
Persen temu balik (*recovery percentage*), %R

$$\%R = \frac{A - B}{C} \times 100\%$$

dengan pengertian:

A adalah kadar contoh uji yang di *spike* (mg/L);
B adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike* (mg/L);
C adalah kadar standar yang di-*spike*-kan (*target value*) (mg/L).

c) Buat kurva kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

a) Tanggal penerimaan contoh uji.
b) Nomor contoh uji.
c) Parameter yang dianalisis.
d) Nama analis.
e) Tanggal analisis.
f) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
g) Rekaman kurva kalibrasi.
h) Batas deteksi.
i) Rekaman hasil perhitungan.
j) Hasil pengukuran persen *spike matrix* dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
k) Kadar analit dalam contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id

© BSN 2009